

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

**FORMED BODY FOR POLISHING, MANUFACTURE THEREOF, RULER TABLE FOR POLISHING, AND POLISHING METHOD**

(4)

Patent Number: JP11104952

Publication date: 1999-04-20

Inventor(s): KURAMOCHI TOSHIHITO; KUBOTA YOSHITAKA

Applicant(s):: TOSOH CORP

Requested Patent:  JP11104952

Application Number: JP19970272472 19971006

Priority Number(s):

IPC Classification: B24B37/04 ; C03C3/06

EC Classification:

Equivalents:

**Abstract**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a formed body for polishing and manufacture thereof and a ruler table for polishing and polishing method which can reduce a waste fluid problem by the use of a polishing liquid excluding such separated grains and carry out the finish polishing with the same extent as usual method and polish effectively by improving the durability of a polishing process and polishing speed much more, in a process for polishing substrate material such as a silicon wafer, oxide substrate and compound semi-conductor substrate.

**SOLUTION:** This formed body is composed of mainly silica (silicon dioxide), a bulk density is 0.2-1.5 g/cm<sup>3</sup>, BET ratio surface area is 10-400 m<sup>2</sup>/g, average grain diameter is 0.001-0.5 μm, fine hole mode diameter is 0.01-0.3 μm, fine hole median diameter is 0.01-0.3 μm, integrated whole fine hole volume is 0.3-4 cm<sup>3</sup>/g and the integrated fine hole volume of the fine hole, whose fine hole diameter is 1 μm or more, is 20-70% of the integrated whole fine hole volume of the formed body.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-104952

(43)公開日 平成11年(1999)4月20日

(51)Int.Cl.  
B 24 B 37/04  
C 03 C 3/06

識別記号

F I  
B 24 B 37/04  
C 03 C 3/06

A

審査請求 未請求 請求項の数10 O.L (全 12 頁)

(21)出願番号 特願平9-272472

(22)出願日 平成9年(1997)10月6日

(71)出願人 000003300

東ソー株式会社

山口県新南陽市関成町4560番地

(72)発明者 倉持 豊人

神奈川県横浜市青葉区たちはな台2-7-3

(72)発明者 塙田 吉孝

神奈川県相模原市東林間2-6-5

(54)【発明の名称】 研磨用成形体、その製造法、研磨用定盤及び研磨方法

(57)【要約】

【課題】シリコンウエハー等の酸化物基板、化合物半導体基板などの基板材料等を研磨加工するプロセスにおいて、このような遊離砥粒を含まない研磨液を使用することで廃液の問題を軽減し、従来の方法と同程度の研磨仕上げとなり、かつ研磨処理における耐久性があると共に研磨速度がいっそう向上できることで研磨作業を効率化できる研磨用成形体、その製造法、研磨用定盤及び研磨方法を提供する。

【解決の手段】主としてシリカ(二酸化珪素)からなり、かさ密度が0.2~1.5 g/cm<sup>3</sup>であり、BE/T比表面積が1.0~4.0 m<sup>2</sup>/gであり、平均粒子径が0.001~0.5 μmであり、細孔モード径が0.01~0.3 μmであり、細孔メジアン径が0.01 μm~0.3 μmであり、積算総細孔容積が0.3~4 cm<sup>3</sup>/gであり、かつ細孔径が1 μm以上の細孔の積算細孔容積が成形体の積算総細孔容積の20~70%であることを特徴とする研磨用成形体、その製造法、研磨用定盤及び研磨方法を用いる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】主としてシリカ(二酸化珪素)からなり、かさ密度が0.2~1.5g/cm<sup>3</sup>であり、BET比表面積が10~400m<sup>2</sup>/gであり、平均粒子径が0.001~0.5μmであり、細孔モード径が0.01~0.3μmであり、細孔メジアン径が0.01μm~0.3μmであり、積算総細孔容積が0.3~4cm<sup>3</sup>/gであり、かつ細孔径が1μm以上の細孔の積算細孔容積が成形体の積算総細孔容積の20~70%であることを特徴とする研磨用成形体。

【請求項2】請求項1に記載の研磨用成形体と付帯部品とを備えてなることを特徴とする研磨用定盤。

【請求項3】主としてシリカ(二酸化珪素)からなるシリカ粉末にバインダー及び造孔剤を添加し成形した後加工して研磨用成形体を製造する方法において、シリカ粉末とバインダーとを混合し造粒して造粒粉末とした後、該造粒粉末に造孔剤を添加混合して成形し、その後加工することを特徴とする請求項1に記載の研磨用成形体の製造法。

【請求項4】請求項3に記載の研磨用成形体の製造法において、造孔剤を混合する前の造粒粉末の粒径が造粒粉末全重量の50%以上が5~300μmであり、造孔剤を混合した後に造粒粉末全重量の40%以上が5~300μmとなるように混合することを特徴とする研磨用成形体の製造法。

【請求項5】請求項3又は請求項4に記載の研磨用成形体の製造法において、添加混合する造孔剤の平均粒子径が0.1~200μmであることを特徴とする研磨用成形体の製造法。

【請求項6】請求項3~5のいずれかに記載の研磨用成形体の製造法において、添加混合する造孔剤の添加量を、(造孔剤の重量)/(造粒粉末の重量)=2/1~1/10(重量比)とすることを特徴とする研磨用成形体の製造法。

【請求項7】請求項3~6のいずれかに記載の研磨用成形体の製造法において、造孔剤を添加し成形した後に900°C以下にて加工することを特徴とする研磨用成形体の製造法。

【請求項8】被研磨材料を請求項2に記載の研磨用定盤を用いて研磨することを特徴とする研磨方法。

【請求項9】請求項8に記載の研磨方法において、被研磨材料が基板材料であることを特徴とする研磨方法。

【請求項10】請求項8又は請求項9に記載の研磨方法において、遊離砥粒を用いずに研磨して研磨廃液の60nmにおける透過率が水の10%以上にすることを特徴とする研磨方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術利用分野】本発明は、シリコンウエーハーやニオブ酸リチウム、タンタル酸リチウムなどの酸

化物基板、化合物半導体基板などの基板材料等の研磨に好適な研磨用成形体、その製造法、研磨用定盤及び研磨方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】従来、シリコンウエーハーや酸化物基板、化合物半導体基板などの基板材料等の研磨加工プロセスでは、基板材料等の表面にコロイダルシリカ等の遊離砥粒を水酸化カリウム等の化学薬品に調合した研磨液を連続的に流しながら不織布タイプやスエードタイプ等のポリッシングパッドで磨くことによって仕上げており、例えば特開平5-154760、特開平7-326597には種々の研磨剤と研磨布を用いてシリコンウエーハーの研磨を実施することが開示されている。しかし、このような方法による場合、遊離砥粒を大量に使用するため、遊離砥粒を大量に含有する研磨廃液が生じ、その処理等については研磨処理の効率、廃液処理の設備面、環境への影響を考慮すると改善されるべきものであった。また、研磨処理において、研磨布は目詰まり等の性能劣化が短時間で生じるために新たなものへと取り替える必要が生じ、さらにその研磨速度についても速いとはいせず、研磨処理作業の効率化の面での課題もあった。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】このように従来の方法により研磨加工を行った場合、コロイダルシリカ等の遊離砥粒を大量に含有する研磨液を廃棄することになるという問題点が生じており、さらに、研磨処理作業を効率化させることができることが望まれており、本発明はこのような問題点に鑑みてなされたものである。その目的は、シリコンウエーハーや酸化物基板、化合物半導体基板などの基板材料等を研磨加工するプロセスにおいて、このような遊離砥粒を含まない研磨液を使用することで廃液の問題を軽減し、従来の方法と同程度の研磨仕上げとなり、かつ研磨処理における耐久性があると共に研磨速度がいっそう向上できることで研磨作業を効率化できる研磨用成形体、その製造法、研磨用定盤及び研磨方法を提供することにある。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者らは上記課題を解決するために鋭意検討を重ねた結果、シリカ超微粉末を用いて成形するにあたって原料粉末の造粒体と造孔剤を混合したシリカ粉末を成形、加工して一定範囲内の特性を有する研磨用成形体を得、これを研磨用定盤に組み込んで基板材料等を研磨することによって以下の知見を優れた点を見出だした。

【0005】1) 研磨の際に、研磨用成形体の表面が、その原料であるシリカ超微粉末により粗面となっており、これと被研磨材料とが直接接觸するために、コロイダルシリカ等の遊離砥粒を含まない研磨液を使用して基板材料等の研磨加工プロセスへの適用が可能となり、しかもその際に成形体の粒子の脱落が非常に少なくなり、

廃液の問題が軽減される。

【0006】2) 研磨用成形体の強度が高いために研磨加工プロセスにおいても耐久性があり、そのため長期に渡って取換えなしで研磨作業を実施できる。

【0007】3) 研磨された被研磨材料の仕上がりが従来の研磨布を用いた方法と同程度以上であり、しかも研磨速度の面でも同等以上であって、研磨性能の経時的な劣化が少ない。

【0008】4) たとえ遊離砥粒を含有する研磨剤を用いた場合でも、従来の方法よりも希薄な遊離砥粒濃度で研磨速度が向上する。

【0009】特に、研磨用成形体の細孔構造を一定範囲内の特性としてすることで、主としてシリカからなる研磨用成形体の性能がよりいっそう向上し、すなわち研磨加工の速度が向上して研磨作業の効率化が図れるという点を見出だし、本発明を完成するに至った。

【0010】以下、本発明を詳細に説明する。

【0011】まず、本発明の研磨用成形体について説明する。

【0012】本発明において用いられる研磨用成形体は、主としてシリカ(二酸化珪素)からなり、かさ密度が $0.2 \sim 1.5 \text{ g/cm}^3$ 、BET比表面積が $10 \sim 400 \text{ m}^2/\text{g}$ 、平均粒子径が $0.001 \sim 0.5 \mu\text{m}$ 、積算総細孔容積が $0.3 \sim 4 \text{ cm}^3/\text{g}$ 、細孔径 $1 \mu\text{m}$ より大きい細孔の積算細孔容積が研磨用成形体の積算総細孔容積の $20 \sim 70\%$ である。

【0013】ここで、主としてシリカとは、本発明の研磨用成形体の原料として用いられるシリカ粉末中のシリカ成分のことを実質的に意味しており、シリカ粉末を用いて成形体を製造する際に用いられたバインダー等の添加剤は最終的には焼成、焼結等の処理により消失してしまう。従って、研磨用成形体中のシリカ成分とは、その原料であるシリカ粉末の成分にもとづいた組成となる。また、成形体を製造する際に用いられたバインダー等の添加剤については、例えば、示唆熱重量分析等の分析方法によりその存在の有無を確認することができ、通常、 $500 \sim 600^\circ\text{C}$ 程度まで加熱するとバインダー等の添加剤はほとんど消失してしまう。

【0014】さらに、原料となるシリカ粉末の組成としては、主としてシリカ、すなわちシリカ成分が全量の90重量%以上有するものが好ましく用いられ、例えば、その種類として、乾式法シリカ、湿式法シリカなどが例示できる。ここでいうシリカ成分とはシリカ含量を意味しており、シリカ粉末を $105^\circ\text{C}$ で2時間加熱処理した後のシリカ成分、不純物、灼熱減量(Loss of Ignition、以下「Igロス」という)の総量を全量としたときのシリカ成分の重量%である。従って、灼熱減量を除けば、原料のシリカ粉末はシリカ成分として、実質的に全量の97重量%以上となる。シリカ成分が上記範囲を逸脱して低くなると、最終的に得られた研

磨用成形体を用いて研磨加工する際に、研磨される材料(以下、「被研磨材料」という)が研磨用成形体中の不純物により汚染を受けることがあったり、研磨加工時に被研磨材料に欠陥が生じることがある。

【0015】研磨用成形体のかさ密度範囲としては、研磨中における研磨用成形体の形状を保持し、被研磨材料の平滑な面を得るために $0.2 \sim 1.5 \text{ g/cm}^3$ の範囲が好ましく、さらに研磨用成形体を用いての研磨加工時の耐久性や研磨速度を低下にくくするために $0.4 \sim 0.9 \text{ g/cm}^3$ の範囲が好ましい。かさ密度が $0.2 \text{ g/cm}^3$ を下回ると、耐久性が低下するとともにその形状を保てないほど形状保持性が悪くなり、 $1.5 \text{ g/cm}^3$ を上回ると被研磨材料の表面の欠陥が無視できなくなるため平滑な面を得ることができず好ましくない。

【0016】研磨用成形体のBET比表面積範囲としては $10 \sim 400 \text{ m}^2/\text{g}$ の範囲が好ましく、さらに、研磨加工において研磨用成形体の研磨面のドレッシング等の処理の頻度を減らすために $10 \sim 150 \text{ m}^2/\text{g}$ の範囲が好ましい。BET比表面積が $400 \text{ m}^2/\text{g}$ を超えると成形体の形状を保てないほど形状保持性が悪くなり、 $10 \text{ m}^2/\text{g}$ を下回ると被研磨材料の表面の欠陥が無視できなくなるため平滑な面を得ることができず好ましくない。

【0017】研磨用成形体の平均粒子径の範囲としては、多孔体への成形を容易にし、被研磨材料の平滑な面を得るために $0.001 \sim 0.5 \mu\text{m}$ の範囲が好ましく、さらに、研磨加工において研磨用成形体の研磨面のドレッシング等の処理の頻度を減らすために $0.01 \sim 0.5 \mu\text{m}$ の範囲が好ましい。平均粒子径が $0.001 \mu\text{m}$ よりも小さくなると原料粉末の1次粒子径が $0.001 \mu\text{m}$ よりも小さくなり、多孔体に成形することが非常に難しくなるために実用に供し得なくなることがあり好ましくない。

【0018】さらに上記特徴を有する研磨用成形体の積算総細孔容積が $0.3 \sim 4 \text{ cm}^3/\text{g}$ の範囲であることが好ましい。また、その細孔径分布としては、細孔径 $1 \mu\text{m}$ より大きい細孔の積算細孔容積が成形体の積算総細孔容積の $20 \sim 70\%$ の範囲が好ましく、さらに $20 \sim 50\%$ の範囲が好ましく、特に $20 \sim 30\%$ の範囲が好ましい。細孔モード径としては、 $0.01 \sim 0.3 \mu\text{m}$ 、細孔メジアン径としては、 $0.01 \mu\text{m} \sim 0.3 \mu\text{m}$ であることが好ましい。この理由としては、a) 研磨中における研磨用成形体の形状を保持するため、b) 被研磨材料の平滑な面を得るため、c) 研磨液等の吸水に対して生じる研磨用成形体の割れ等を防止する効果を向上させるため、d) 研磨加工中の目詰まりを少なくするためなどである。

【0019】なお、本明細書において細孔モード径とは、微分細孔径分布における微分値が最大となるところ

の細孔径を意味し、細孔メジアン径は積分細孔径分布における積算細孔容積の最大値と最小値の範囲の中央値に対する細孔径を意味する。また、細孔モード径、細孔メジアン径は体積基準である。

【0020】次に本発明において用いられる研磨用成形体の製造法について説明する。

【0021】以下に製造工程に従って本発明を詳細に説明する。

【0022】原料粉末として用いられる主としてシリカからなる粉末の特性としては、形状保持性がよく、研磨加工プロセスへの適用が可能な成形体が得られれば特に限定されるものではないが、通常以下に述べる特性の原料粉末が用いられる。

【0023】すなわち、原料となるシリカ粉末は、主としてシリカからなり、BET比表面積が $25\sim400\text{m}^2/\text{g}$ 、平均粒子径が $0.5\sim50\mu\text{m}$ 、かつBET比表面積から算出される1次粒子径を $D_b(\mu\text{m})$ 、平均粒子径を $D_s(\mu\text{m})$ としたときにこれらの関係が $1 \leq D_s/D_b \leq 4000$ の範囲にあり、粉末かさ密度が $20\sim140\text{g}/\text{L}$ であることが好ましい。

【0024】ここで、原料となるシリカ粉末の組成としては、前記したようにシリカ成分が全量の90重量%以上有するものが好ましく用いられる。

【0025】シリカ粉末のBET比表面積としては、 $25\sim400\text{m}^2/\text{g}$ の範囲が好ましく、さらに得られた研磨用成形体の研磨加工時の研磨速度を容易に維持するために $25\sim200\text{m}^2/\text{g}$ の範囲が好ましい。 $400\text{m}^2/\text{g}$ を上回ると成形性が悪くなつて研磨用成形体を得にくくなることがあり、 $25\text{m}^2/\text{g}$ を下回ると研磨加工時に被研磨材料に欠陥を生じさせることがある。

【0026】シリカ粉末の平均粒子径としては、 $0.5\sim50\mu\text{m}$ の範囲にあることが好ましく、 $0.5\mu\text{m}$ を下回ると成形性が悪くなつて研磨用成形体を得ることが難しくなることがあり、 $50\mu\text{m}$ を上回ると研磨加工時に被研磨材料に欠陥を生じさせることがある。

【0027】また、BET比表面積から算出される1次粒子径を $D_b(\mu\text{m})$ 、平均粒子径を $D_s(\mu\text{m})$ としたときに、これらの関係は $1 \leq D_s/D_b \leq 4000$ であることが好ましい。 $D_s/D_b$ が1を下回るということは平均粒子径よりも1次粒子径が小さいということを意味しており、このようなことはあり得ない。 $D_s/D_b$ の値が4000を上回ると1次粒子径が凝集しやすくなり成形が難しくなることがある。

【0028】ここで、BET比表面積から1次粒子径を算出する方法としては、1次粒子を球形と仮定し、下記(1)式により求めることができる。

$$D_b = 6 / (S \times 2.2) \quad (1)$$

式中、SはBET比表面積(単位は $\text{m}^2/\text{g}$ )、 $D_b$ は1次粒子径(単位は $\mu\text{m}$ )を示し、シリカの理論密度を $2.2\text{g}/\text{cm}^3$ として計算される。

【0030】粉末かさ密度は $20\sim140\text{g}/\text{L}$ であることが好ましく、 $20\text{g}/\text{L}$ を下回ると成形が難しくなることがあり、 $140\text{g}/\text{L}$ を上回ると研磨加工時に被研磨材料に欠陥を生じさせることがある。

【0031】この時、研磨用成形体の圧縮強度は自ずと $1\text{kg}/\text{cm}^2$ 以上となる。

【0032】次に、このような粉末特性を有する原料のシリカ粉末とバインダーを混合し、さらに造粒した後にこの造粒粉末を崩さないように造孔剤と混合した後に成形するが、バインダーをシリカ粉末と混合して造粒することにより成形性が向上し、さらに、得られる造粒粉末を造孔剤と混合して造孔剤の粒径が反映したシリカ成形体を得ることで研磨用成形体中の細孔構造を制御し易くなるため、研磨加工時において研磨速度を向上しうる研磨用成形体が得られる。尚、上記の工程において、造粒粉末を造孔剤と混合する前に一時的に別に移すなどして保存しておいても良い。

【0033】上記の製造工程において、シリカ粉末とバインダーの混合方法としては特に限定されるものではないが、シリカ原料粉末の表面を十分に覆うために、通常、水などを溶媒として水溶性のバインダーとシリカ粉末が混合される。このときボールを用いたボールミル等により混合することができる。

【0034】このようにしてバインダーと混合された混合粉末は、成形性を向上させるために造粒操作を行う。造粒方法は特に限定されるものではないが、混合粉末をスラリー状態のまま直接スプレードライヤーなどにより噴霧乾燥を行ったり、また粉末を公知の方法により乾燥後、転動法等により造粒することができる。

【0035】この時、造粒粉末の粒径は重量基準で全体の50%以上が $5\sim300\mu\text{m}$ であることが好ましい。このように造粒粉末の粒径を分布させることにより、成形性が向上するとともに、粒径が揃っていることで後の造孔剤との混合において、均一に混合され易くなる。この範囲を逸脱した場合、粉末の粒径が細かすぎると粉末の流動性が低下し、例えばプレス成形の時に金型内への粉末の充填が悪くなつたり、成形終了後に圧力を解放したときに成形体内にエアが流動性の低下とともに残りやすく、ラミネーション等の欠陥を生じやすくなることがあり、また、粉末の粒径が粗すぎると例えばプレス成形の時に金型内への粉末の充填が悪くなり、成形性が悪くなつたりすることがある。なお、この粒径は通常光学顕微鏡により観察したり、粒度分布測定器により測定することで知ることができる。

【0036】バインダーの混合量としては、特に限定されるものではないが、成形操作等に支障がない量であればよく、シリカ粉末のBET比表面積が大きいため、体積基準で、(シリカ粉末の体積) : (バインダーの体積) = 90 : 10 ~ 30 : 70程度となるようにバインダーを添加することが好ましい。こうすることで1次粒

子の粒の周りをバインダーでぬらすことができ成形性を良くすることができる。

【0037】バインダーの種類としては、造粒操作に支障がないものであれば特に制限なく用いることができるが、通常、結合剤、可塑剤、潤滑剤などを用いることができ、例えばアクリル樹脂、ポリオレフィン樹脂、ワックス類、ステアリン酸などの低級脂肪酸、ステアリルアルコールなどの高級アルコール類を挙げることができ、これらは単独あるいは2種以上用いることができる。

【0038】次いでこの造粒粉末と造孔剤を混合する。混合方法としては、造粒粉末を崩さずに造孔剤と混合できる方法であれば特に限定されるものではない。例えばV型混合機による乾式混合などが例示できる。ここで、造粒粉末を崩さないとは、造孔剤との混合前後で造粒粉末の粒径分布が大きく変化しないことを意味しており、造孔剤を混合する前の造粒粉末の粒径が重量基準で全体の50%以上が5~300μmである場合、造孔剤を混合した後の造粒粉末の粒径が基準で全体の40%以上が5~300μmになることを示している。この粒径は通常光学顕微鏡による観察したり粒度分布測定器により測定することで知ることができる。

【0039】このように造孔剤との混合前後で造粒粉末の粒径分布の変化を小さくすることにより、混合前の造孔剤の粒径を研磨用成形体の細孔径分布へ反映させることができるために細孔径分布を容易に制御できるようになり、研磨用成形体として好適な細孔構造とすることができます。このようにして混合した結果、最終的に得られる研磨用成形体の細孔構造は、細孔径が1μm以上の細孔が占める細孔容積の和が全細孔容積の20~70%の割合とすることができます、実際の研磨加工プロセスにおいて研磨速度を向上させることができる。この割合は、次に述べる造孔剤の添加量により制御できる。

【0040】造孔剤の量としては、前記細孔構造を有する研磨用成形体が得られれば特に限定されるものではないが、通常、(造孔剤の重量)/(造粒粉末の重量)=2/1~1/10の範囲の比率とすることが好ましい。この比率が1/10より小さくなると造孔剤を混合した効果が小さくなることがあり、2/1を上回ると研磨用成形体が脆くなってしまって実用に供することが困難となることがある。

【0041】造孔剤の平均粒子径としては、0.1~200μmの範囲が好ましい。平均粒子径が0.1μmよりも小さくなると、造孔剤を用いないで成形した場合の細孔径分布と大差がなくなり、造孔剤を混合して大きい細孔を導入する効果がなくなってしまうことがあり、200μmよりも大きいと成形が難しくなることがある。

【0042】また、加熱により造孔剤が燃焼、熱分解して気化し消失させ、研磨用成形体に孔をあけるが、その際の温度としては、900℃以下が好ましく、さらに100~900℃が好ましい。この温度が100℃を下回

ると取り扱いが困難となることがあるが、室温で固体状であればよい。また、900℃を上回るとシリカ成形体の収縮が起こることがあり、特に約950℃を上回ると急激に収縮が生じるので、その収縮と造孔剤の消失が同時に生じて研磨用成形体に欠陥を生じることがあるので好ましくない。

【0043】造孔剤の種類としては、パラフィンワックス、マイクロクリスタリンワックス等のワックス類、ポリメチルメタクリレート、ポリブチルメタクリレート等のアクリル系樹脂の粉末、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン・酢酸ビニル共重合体、エチレン・エチルアクリレート共重合体等のオレフィン系樹脂の粉末、ポリスチレン粉末、ステアリン酸等の低級脂肪酸の粉末、馬鈴薯でんぶん、とうもろこしでんぶん、エチセルロース、カーボン粉末等が例示できる。

【0044】この造孔剤の粉末比重としては、シリカ粉末に近い方がシリカ粉末と均一に混合され易いため好ましいが、密度の範囲は特に限定されない。

【0045】造粒粉末と造孔剤を混合した混合粉末の成形方法は特に限定されるものではないが、圧力をかけて成形する方法、スラリーとして鋸込むいわゆるスリップキャスティング法などが例示できる。例えば圧力をかけて成形する場合、プレス成形等の成形法が例示でき、その圧力条件としては、得られるシリカ成形体の形状を保持するため通常5kg/cm<sup>2</sup>以上の圧力が用いられ、10kg/cm<sup>2</sup>以上の圧力がより効果的である。

【0046】シリカ成形体の研磨用成形体への加工方法としては、加熱脱脂、加熱焼成、機械加工等による方法が例示できるが、研磨用成形体として研磨作業に使用できる強度を付与できる加工方法であれば特に限定されるものではないが、成形性を向上させるためには、成形前にバインダーなどの有機物の結合剤を添加し、さらに造孔剤も添加しているので、一般的には焼成前に脱脂することが好ましい。

【0047】脱脂の方法としては特に限定されるものではないが、例えば大気雰囲気下での加熱による脱脂、又は窒素、アルゴン、ヘリウムなどの不活性雰囲気中での加熱脱脂などが挙げられる。このときの雰囲気ガスの圧力は減圧下、常圧下、場合によっては加圧下で行うことができる。また、同様に成形性を向上させるために、水分を添加し、その後焼成操作の前に乾燥させることもできる。

【0048】次に、バインダーや造孔剤を取り除いた成形体は、一般的には強度的に脆くなっているため、その強度を上げ、研磨加工の際の耐久性を向上させるために、例えば加熱による焼成を行うことが好ましく、これ以外の公知の方法も用いることができる。

【0049】このようにして、本発明において用いられる研磨用成形体を製造するわけであるが、次に、この研磨用成形体を研磨用の定盤として組み込み、さらにこれ

を用いて研磨する方法について説明する。

【0050】まず、研磨用成形体と研磨用の付帯部品とを用いて研磨用定盤が形成される。ここで、付帯部品とは研磨用定盤を構成する種々の形状の構造体であり、この付帯部品に対して研磨用成形体を種々の手法により配置し、固定することで研磨用定盤が形成される。両者の固定方法としては、接着剤を用いて接着し固定する方法、付帯部品に凹凸を形成させ、その固定場所へ埋め込む方法など本発明の目的を達成できる方法であれば制限なく用いることができる。

【0051】研磨用成形体を研磨用の付帯部品へ固定する際の研磨用成形体の個数については、1個または2個以上用いれば良く、さらに2個以上用いることが好ましい。この理由としては、i) 研磨加工プロセスにおいて用いられる研磨液を研磨中に適切に排出することで研磨速度を向上させるためである。このため、研磨用成形体を2個以上用いて研磨用定盤を形成させた場合には、研磨用成形体の間の隙間より研磨液が排出できる。また、1個を用いた場合には、成形体の研磨面の側に研磨液を排出できる適当な溝の構造を持たせることができ。ii) また、研磨用成形体を2個以上用いて研磨用定盤を形成させた場合には、被研磨材料当たりが良くなり、被研磨材料全面の研磨速度に偏りなく、効率よく研磨できるようになる。

【0052】用いられる研磨用成形体の形状は特に限定されるものではなく、例えば円柱状ペレットや四角柱状ペレット、三角柱状ペレットなどの角柱状ペレット等を例示できる。また、その大きさは通常用いられる範囲であれば特に限定されるものではなく、研磨用定盤中の研磨用成形体を組み込むための付帯部品の大きさに応じて決められる。

【0053】その大きさは特に限定されるものではないが、一辺が5mm角～100mm角の範囲内に収まる大きさである方が実用上好ましい。例えば円柱状ペレットでは直径5～100mm、四角柱状ペレットでは5～100mmの範囲内の一辺であることになる。一辺が5mm角の範囲よりも小さい場合でも研磨用定盤としての機能を十分に有するが配列個数が非常に多くなるために実用的でない。一辺が100mm角の範囲よりも大きい場合にも研磨用定盤としての機能を十分に有するが、前述の研磨用成形体を複数個配列する効果が小さくなってくる。

【0054】研磨用成形体の厚さは特に限定されるものではないが、3～10mmの範囲内であることが好ましい。厚さが3mmより小さい場合でも研磨用定盤としての機能を十分に有するが実用性を考慮すると前記範囲が好ましい。厚さが10mmよりも大きい場合でも研磨用定盤としての機能を十分に有するが、実用性を考慮すると前記範囲が好ましい。

【0055】配列の仕方は研磨用成形体を研磨加工プロ

セスで使用するために当然配列しなければならない場所（例えば研磨装置の回転定盤など）の全面にわたって偏りなく配列されなければ特に限定されるものではなく、ランダムであってもかまわないが、研磨効率が被研磨材料の研磨位置に影響されないようにするために研磨用定盤の中心線に対して左右対称になるように配置する方が好ましい。

【0056】前述の研磨用成形体の配列する個数は当該研磨用成形体個々の大きさ、研磨用成形体を研磨加工プロセスで使用するために当然配列しなければならない場所（例えば研磨装置の回転定盤など）の大きさ等により一概に限定することはできないが、研磨用成形体を配列すべき場所の総面積に対する研磨用成形体の研磨面（研磨加工時に被研磨材料に接触する面、以下同じ）の総面積の割合で表すと95%以下であることが好ましい。この割合が95%を超えるということは大きな研磨用成形体1枚を使用した場合とあまり異ならなくなり、研磨用成形体を複数個配列して研磨用定盤とする効果が小さくなってしまう。この割合の下限値は特に限定されるものではないが、小さすぎると研磨用成形体の研磨面の総面積が小さくなることを意味しており、30%程度以上が実用的である。

【0057】研磨用成形体を複数個配列する場合の研磨用成形体を研磨加工プロセスで使用するために当然配列しなければならない場所（例えば研磨装置の回転定盤など）への固定方法は、研磨用成形体を研磨加工プロセスで使用することが可能である固定方法であれば特に限定されるものではないが、例えば接着剤などで個々に固定する方法、固定場所へ埋め込む方法などが例示できる。

【0058】さらに、本発明の方法により得られる研磨用成形体を研磨用定盤として組み込んで研磨加工プロセスに使用することもできるが、実施に際しては、定盤として研磨加工プロセスにおいて使用できるものであれば、その性状、研磨条件、研磨液等の使用等については特に限定されるものではない。例えば、研磨液を使用する場合には、水酸化カリウム水溶液等のアルカリ溶液を使用することができる。ここで定盤とは、被研磨材料に対して直接接觸して研磨するために用いられ、研磨加工プロセスにおいて十分な強度を有し、かつ被研磨材料を研磨できる性能を有しておれば良い。従って、その形状としては、被研磨材料と同じ形状を有するだけでなく、必要に応じて非平面の形状を有していても良い。例えば、その形状として、平板状、凸面や凹面等の非平面を有した円盤状、リング状、円筒状等を挙げることができる。

【0059】また、本発明の研磨方法においては研磨布を用いず、さらに本発明の研磨用成形体を用いることで耐久性が向上し、安定した研磨性能を維持でき、取り替え頻度を減少できるため、研磨中に従来の方法において

みられた研磨布の性能劣化によるその取り替え等による研磨作業の中止頻度を減少させることができ、研磨作業の効率化が達成できる。さらに本発明の製造法によって細孔構造を制御することにより、研磨用成形体を使い切るまでに目詰まりを改善するためになされるドレッシングの必要のないもしくはドレッシングの頻度を非常に抑制した研磨用成形体が得られる。また、従来の研磨剤による方法において生じる遊離砥粒を含んだ研磨廃液については、本発明の製造法により製造した研磨用成形体を用いることで遊離砥粒を用いなくても研磨することが可能となり、そのために研磨廃液中の遊離砥粒がなくなり、廃液処理の問題が軽減される。遊離砥粒を含有する研磨液を用いた場合でも、従来の方法の場合よりも希薄な遊離砥粒濃度で研磨することができるため廃液処理の問題が軽減される。例えば、研磨廃液に対して光を照射した場合の透過率が従来の方法におけるものよりも高くなることで、研磨廃液中に不要となった遊離砥粒の混入が認められなくなることが確認できる。このような研磨廃液の問題を考慮すると、研磨廃液の600nmの波長の光における透過率が水の10%以上にすることが好ましい。また、当然のことながら研磨布を用いた従来の研磨方法の場合のように遊離砥粒を含む研磨液を用いての研磨も可能である。

【0060】このような特性を有する研磨用成形体及び研磨用成形体を備える研磨用定盤の用途としては、シリコンウエハーやガリウムリン、ガリウム砒素等の化合物半導体基板、ニオブ酸リチウム、タンタル酸リチウム、ホウ酸リチウム等の酸化物基板、石英ガラス基板などの基板材料、石英ガラス、金属材料、建築等の石材等の研磨に使用することができる。

#### 【0061】

【実施例】以下、本発明を実施例を用いてさらに詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。なお、各評価は以下に示した方法によって実施した。

#### 【0062】～シリカ含量～

シリカ粉末の水分量、灼熱減量 (Loss of Ig nition、以下、「Igロス」という)、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$ を以下に示す方法により測定した。シリカ粉末の全量より水分量を除いた残り分の重量(不含水量)よりIgロス、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$ の合計重量を差し引いた重量をシリカ含量とし、重量%にて求めた。

【0063】水分量は、シリカ粉末を105°C、2時間の加熱処理による処理前後の重量変化より求めた。

【0064】Igロスは、シリカ粉末を105°C、2時間加熱して水分を取り除いた試料を基にし、さらに100°Cで加熱処理し、その処理前後の重量変化より求めた。

【0065】 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$ の量は、シリカ粉末を105°C、2時間加熱して水分を取り除いた試料を基にし、これを溶解させた後、ICP法で測定して求めた。

【0066】なお、研磨用成形体のシリカ含量については、得られた成形体を示差熱重量分析計((株)リガク、型式:TAS-100)を用い、昇温速度10°C/分にて測定したところ、室温から1000°Cの範囲において重量の減少は認められず、シリカ粉末を用いて成形体を製造する際に用いられたバインダー等の添加剤は消失していることが確認された。

#### 【0067】～かさ密度～

100mm×100mm×15mm(厚さ)の平板状試料を作製し、サンプルとした。このサンプルを電子天秤で測定した重量と、マイクロメータで測定した形状寸法とから算出した。

#### 【0068】～粉末かさ密度～

JIS-K-5101のみかけ密度試験方法の静置法に準拠し、粉末を目開き0.50mmのふるいを通して分散落下させ、30.0mLのステンレス製シリンダに受け、山盛りになったところで直線状へらで擦り切り、シリンダ内の重量を測定し、次式(2)により求めた。

$$【0069】 E = W / 30 \quad (2)$$

式中、Eは粉末かさ密度(単位はg/mL)、Wはシリンダ内粉末重量(単位はg)、30はシリンダ内容積(単位はmL)であり、粉末かさ密度の単位は任意に換算する。本明細書においては、測定したみかけ密度を粉末かさ密度として表記した。

#### 【0070】～平均粒子径～

研磨用成形体の一部を、走査型電子顕微鏡 ISI DS-130(明石製作所製)で観察し、シリカ粒子部分のみを考慮してインタセプト法により求めた。

#### 【0071】～BET比表面積～

研磨用成形体を碎いた後、MONOSORB(米国QUANTACHROME社製)を用い、BET式1点法により測定した。

#### 【0072】～細孔構造～

研磨用成形体を、水銀ボロシメーター(島津製作所製、ボアサイザ9320)を用い、水銀圧入法により0~270MPaの圧力範囲で測定した。水銀ボロシメーターで得られる測定値は、水銀に圧力を掛けて気孔を有するサンプル中に水銀を圧入し、圧力と浸入した水銀の積算容積の関係から得られる。すなわち、ある直径を有する気孔に水銀が入るための圧力は、Washburnの方程式があり、この式を用いることにより、圧入圧力と浸入した水銀との積算容積の関係が気孔の直径とその直径よりも大きな直径を有する気孔に浸入した水銀の容積の関係として求めることができる。そして、この浸入した水銀の容積は水銀の密度で除することにより、その気孔径よりも大きな気孔の容積を示す。この気孔径と気孔容

積の関係は通常、水銀の表面張力、接触角や測定装置の構造からくる水銀頭などの必要な補正がなされる。水銀ボロシメーターで得られた気孔径と気孔の積算容積の関係から以下の値(体積基準)が求められる。なお、細孔モード径は微分細孔分布における微分値が最大となるところの細孔径を、すなわち図1において示される微分細孔径分布曲線のうち、微分細孔容積の最高値に対応する細孔径(Aで示される)を意味する。また、細孔メジアン径は積分細孔径分布における積算細孔容積の最小値と最大値の中央値に対応する細孔径を、すなわち図2において示される積分細孔径分布曲線のうち、積分細孔容積の最大値(h)と最小値(図2においては0)の中央値(1/hとなる)に対応する細孔径を意味する。

#### 【0073】～圧縮強度～

JIS-R-1608に準拠し、研磨用成形体の試験片(10mm×10mm×5mm(厚さ))を、島津オートグラフIS-10T(島津製作所製)を用い、クロスヘッド速度0.5mm/分で負荷を加えて測定した。

#### 【0074】～粉末の平均粒子径～

シリカ超微粉末をサンプルとし、COULTER LS 130(COULTER ELECTRONICS社製)を用いて液体モジュールで測定した。測定値は体積基準である。

#### 【0075】～研磨試験～

直径25mm、厚さ5mmの研磨用成形体の円柱状試験片を作製し、高速レンズ研磨装置の回転定盤(直径360mm)に装着し、成形体の表面を平坦に整えた。これを定盤回転数100rpm、定盤への被研磨材料の加工圧力118g/cm<sup>2</sup>のもとで、被研磨材料として直径3インチのタンタル酸リチウムを6枚用い、市販のコロイダルシリカ(フジミインコーポレーテッド製、COM

$$R_a = (1/L) \int_0^L |f(x)| dx \quad (3)$$

【0079】又、R<sub>max</sub>とは、最大高さを意味し、断面曲線から基準長さだけ抜き取った部分の平行線に平行な2直線で抜き取り部分を挟んだとき、この2直線の間隔を断面曲線の縦倍率の方向に測定して、この値をマイクロメーター(μm)単位で表したものである。

#### 【0080】～成形体の耐久性～

研磨試験を繰り返し行い、1時間毎に成形体を取り出してその表面状態を目視にて観察し、ひび、割れ、欠け等の破損の有無を観察した。評価に際しては成形体の破損が生じるまでの時間を調べた。

#### 【0081】〈研磨用成形体の製造・評価〉

##### 実施例1

表1に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原

POL80)をシリカ(二酸化珪素)含有量8重量%となるように調製した研磨液(液温:25°C、pH=12)を用いて、研磨液を100mL/分の速度で滴下して循環使用しながら研磨した。研磨後、タンタル酸リチウム基板の表面を顕微鏡(Olympus製、型式:BH-2)で観察した。評価に際しては、極めて平滑でスクラッチ等のない良好な面である場合を○、平滑にならずに研磨加工できない場合を×とした。

【0076】また、研磨試験前後のタンタル酸リチウム基板の厚さをダイアルゲージで測定することにより研磨速度を算出した。すなわち、実施例1～4及び比較例3について、研磨試験1バッチ中に被研磨材料であるタンタル酸リチウム基板の被研磨面の任意の10点の位置の厚さを試験進行と共に断続的に測定して8時間あたりの研磨速度を求め、これらの平均値を1バッチあたりの研磨速度とし、各バッチ回数の研磨速度の平均値及び標準偏差を求めた。尚、比較例2については5回の測定結果の平均値をその研磨速度とした。

#### 【0077】～表面精度～

研磨処理後の被研磨材料の表面精度を万能表面形状測定器SE-3C(小坂研究所製)を用いて評価した。評価は中心線平均粗さ(R<sub>a</sub>)及び最大高さ(R<sub>max</sub>)をカットオフ値0.8mm以上、測定長さ2.5mmの条件で実施した。ここで、R<sub>a</sub>とは、中心線平均粗さを意味し、粗さ曲線からその中心線の方向に測定長さ(Lで表す)の部分を抜き取り、この抜き取り部分の中心線をX軸、縦倍率の方向をY軸とし、粗さ曲線をy=f(x)で表したとき、次式(3)によって求められる値をマイクロメーター(μm)単位で表したものである。

#### 【0078】

##### 【数1】

$$|f(x)| dx \quad (3)$$

料粉末を油圧プレス機を用いてプレス成形(圧力:10kg/cm<sup>2</sup>)してシリカ成形体を得た。これを焼成炉(光洋リンドバーグ社製、型式:51668)にて700°Cで2時間焼成して研磨用成形体を得た。これを前記記載の評価方法により評価した。表2、3には得られた結果として、研磨用成形体のかさ密度、BET比表面積、平均粒子径、圧縮強度、細孔容積の測定値、細孔径分布、モード径、メジアン径、得られた研磨用定盤による研磨試験結果、表面精度等の測定結果及び耐久性試験結果を示す。

#### 【0082】

##### 【表1】

評価内容	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	比較例1	比較例2
シリカ含量(重量%)	96	95	95	96	99	95
不純物						
水分	6	5	5	5	—	5
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2.9	5.8	5.8	3	—	5.8
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.48	0.52	0.52	0.44	—	0.52
TiO <sub>2</sub>	0.05	0.05	0.05	0.05	0.0002	0.05
CaO	0.07	0.08	0.08	0.07	—	0.08
MgO	0.02	0.02	0.02	0.02	—	0.02
Na <sub>2</sub> O	0.01	0.01	0.01	0.01	—	0.01
粉末かさ密度(g/L)	40	80	80	40	55	80
BET比表面積(m <sup>2</sup> /g)	171	37	37	172	202	37
平均粒子径(μm)	43.9	5.2	5.2	6.1	46.6	5.2

【0083】

【表2】

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	比較例1	比較例2	比較例3
かさ密度(g/cm <sup>3</sup> )	0.34	0.47	0.57	0.57	1.78	—	0.58
BET比表面積(m <sup>2</sup> /g)	164	19	18	54	2	—	18
平均粒子径(μm)	0.017	0.14	0.15	0.051	—	—	0.15
圧縮強度(kg/cm <sup>2</sup> )	2	48	66	72	—	—	75
算算細孔容積(cm <sup>3</sup> /g)	1.386	1.403	1.165	1.013	0.11	—	1.284
1μm以上(%)	24	23	24	22	—	—	2
モード径(μm)	0.031	0.23	0.22	0.046	—	—	0.23
メジアン径(μm)	0.055	0.24	0.24	0.07	—	—	0.21
研磨試験結果	○	○	○	○	×	○	○
中心値平均粗さ(Ra)	0.006	0.006	0.006	0.006	—	0.006	0.006
最大高さ(Rmax)	0.04	0.04	0.04	0.04	—	0.04	0.04
耐久試験結果(時間)	15	30*	≥90	≥90	≥90	—	≥90

\* 30時間の試験で中断した(破損はしていない)。

【0084】

【表3】

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	比較例2	比較例3
加工圧力(g/cm <sup>2</sup> )	118	118	118	118	118	118
砥粒濃度(重量%)	8	8	8	8	20	8
研磨試験バッチ数	5	5	5	5	5	7
研磨速度平均値(μm/8時間)	10.9	11.8	11.0	9.1	3.0	5.7
研磨速度の標準偏差(μm/8時間)	1.4	2.8	2.4	1.7	—	1.0

【0085】実施例2

表1に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末に添加物としてワックス系エマルジョン(中京油脂製、マクセロンM)及びステアリン酸エマルジョン(中京油脂製、セロゾール920)を原料粉末:ワックス系エマルジョン(固形分換算):ステアリン酸エマルジョン(固形分換算):水分=100:17:0.2:4.08の重量比で混合してスラリー化した。このスラリーをスプレードライヤー(大川原化工機製、型式:LT-8)を用いて造粒粉末を調整し、デシケータ中で十分に水分を除去した。この乾燥造粒粉末に馬鈴薯でんぶん(キシダ化学製)を乾燥造粒粉末:馬鈴薯でんぶん=1.8:1の体積比になるように混合して成形用原料粉末とした。この成形用原料粉末を油圧プレス機を用いてプレス成形(圧力:100kg/cm<sup>2</sup>)してシリカ成形体を得た。これを焼成炉(光洋リンドバーグ社製、型式:51668)にて400°Cで2時間保持し、そのまま950°Cまで昇温して2時間保持して研磨用成形体を

得た。これを実施例1と同様の方法により評価し、表2、3に示した。

【0086】実施例3

表1に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカ粉末に添加物としてワックス系エマルジョン(中京油脂製、マクセロンM)及びステアリン酸エマルジョン(中京油脂製、セロゾール920)を原料粉末:ワックス系エマルジョン(固形分換算):ステアリン酸エマルジョン(固形分換算):水分=100:17:0.2:4.08の重量比で混合してスラリー化した。このスラリーをスプレードライヤー(大川原化工機製、型式:LT-8)を用い、大気中にて入口温度180°C、送液速度1.2kg/時間、差圧80mmHgの条件にて造粒粉末を調製し、デシケータ中で十分に水分を除去して乾燥した。この乾燥造粒粉末に馬鈴薯でんぶん(キシダ化学製、平均粒子径6.5μm)を(乾燥造粒粉末):(馬鈴薯でんぶん)=1.8:1の体積比になるように大気中、室温下、大気圧にて混合し、成形用原料粉末とし

た。この成形用原料粉末を油圧プレス機を用いてプレス成形（圧力：100 kg/cm<sup>2</sup>）してシリカ成形体を得た。これを400°C、1.5 kg/cm<sup>2</sup>、窒素中で加圧脱脂炉（ネムス製）を用いて加圧脱脂した後、焼成炉（光洋リンドバーグ社製、型式：51668）にて975°Cで2時間焼成して研磨用成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価し、表2、3に示した。

#### 【0087】実施例4

表1に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末に添加物としてアクリル系バインダー（中央理化工業製、リカボンドSA-200）及びステアリン酸エマルジョン（中京油脂製、セロゾール920）を原料粉末：アクリル系バインダー（固形分換算）：ステアリン酸エマルジョン（固形分換算）：水分=100:17:0.2:61.3の重量比で混合してスラリー化した。このスラリーをスプレードライヤー（大川原化工機製、型式：LT-8）を用いて造粒粉末を調整し、デシケータ中で十分に水分を除去した。この乾燥造粒粉末に馬鈴薯でんぶん（キシダ化学製）を乾燥造粒粉末：馬鈴薯でんぶん=1.8:1の体積比になるように混合して成形用原料粉末とした。この成形用原料粉末を油圧プレス機を用いてプレス成形（圧力：100 kg/cm<sup>2</sup>）してシリカ成形体を得た。これを400°C、1.5 kg/cm<sup>2</sup>、窒素中で加圧脱脂炉（ネムス製）を用いて加圧脱脂した後、焼成炉（光洋リンドバーグ社製、型式：51668）にて1000°Cで2時間焼成して研磨用成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価し、表2、3に示した。

#### 【0088】比較例1

表1に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末を、圧力100 kg/cm<sup>2</sup>にて油圧プレス機を用いてプレス成形してシリカ成形体を得た。これを焼成炉（モトヤマ製、型式：SUPER-C）にて1300°Cで2時間焼成して成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価した。表2、3には得られた結果として、シリカ成形体のかさ密度、BET比表面積、積算総細孔容積の測定値と、得られた成形体による研磨試験結果、耐久性試験結果を示す。

#### 【0089】比較例2

スウエード系ポリッキングパッド（フジミインコーポレーテッド製、SURFIN 018-3）を高速レンズ研磨装置の回転定盤（直径360 mm）に貼付し、定盤回転数100 rpm、定盤への被研磨材料の表2記載の所定の加工圧力、砥粒濃度（20重量%）のもとで、被研磨材料としてタンタル酸リチウムを用い、研磨液として水酸化カリウム水溶液（pH=12）を用いて、研磨液を100 ml/分の速度で滴下して循環使用しながら研磨した。表2、3には得られた結果として、表面精度等の測定結果を示す。

#### 【0090】比較例3

実施例3と同様の原料を用い、実施例3と同様に造粒粉末を調整し、デシケータ中で十分に水分を除去した。この乾燥造粒粉末に実施例3とは異なり造孔剤を添加せずにそのままの状態で油圧プレス機を用いてプレス成形（圧力：100 kg/cm<sup>2</sup>）してシリカ成形体を得た。これを400°C、1.5 kg/cm<sup>2</sup>、窒素中で加圧脱脂炉（ネムス製）を用いて加圧脱脂した後、焼成炉（光洋リンドバーグ社製、型式：51668）にて950°Cで2時間焼成して研磨用成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価し、表2、3に示した。

【0091】以上の実施例1～4と比較例1～2の結果を比較すると、表2にて明らかのように比較例1では研磨試験結果が悪いことが分かった。また、表3にて明らかのように、実施例1～4は比較例2、3のいずれよりも研磨速度が顕著に速くなり、特に比較例2で示される研磨布を用いた方法では砥粒濃度を高くしても研磨速度は実施例よりも遅いことが分かった。

【0092】さらに実施例3と比較例3の結果から、本発明の製造法により製造された研磨用成形体は従来の製造法で製造された研磨用成形体に比べて、図3～6に示したように、微分細孔径分布曲線及び積分細孔径分布曲線において、細孔径1 μm（図においては、10000 オングストローム）より大きいところに多量の細孔の存在が明らかに認められる。このように本発明の製造法により得られたその細孔構造に特徴のある研磨用成形体を研磨加工に使用することで、研磨性能、特に研磨速度が著しく増大する効果が確認できた。

#### 【0093】〈研磨廃液の評価〉

##### 実施例5

実施例1で得られた研磨用成形体を用い、研磨試験に記載の方法により研磨を実施した。研磨廃液については、生じた廃液の濁度を分光光度計（日本分光製、型式：UBEST-55）を用い、精製水を基準として波長600 nmにおける透過率により評価した。その結果を表4に示した。透過率が高い場合には研磨廃液中の遊離砥粒量が少ないことを示し、低い場合には逆に多いことを示す。

#### 【0094】

【表4】

用いた成形体 (例番号)	透過率(%)	
実施例5	実施例1	13
実施例6	実施例2	14
実施例7	実施例3	22
実施例8	実施例4	24
比較例4	比較例2	1

#### 【0095】実施例6～8

表4に示すように、各実施例で得た研磨用成形体を実施例5と同じ方法により研磨を実施し、研磨廃液を評価し、まとめて表4に示した。

## 【0096】比較例4

表4に示すように、各比較例で得た研磨用成形体を実施例5と同じ方法により研磨を実施し、研磨廃液を評価し、まとめて表4に示した。

【0097】以上の実施例5～8、比較例4の結果から、実施例5～8では研磨廃液の透過率は比較例4よりも高く、研磨廃液中の遊離砥粒量が極めて少ないと示しており、研磨加工プロセスにおいて廃液処理への負担が極めて小さくなることが分かる。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】微分細孔径分布曲線を示す図であり、縦軸は微分細孔容積を、横軸は細孔径を表す。

【図2】積分細孔径分布曲線を示す図であり、縦軸は積分総細孔容積を、横軸は細孔径を表す。

【図3】実施例3で得られた研磨用成形体の微分細孔径分布曲線を示す図であり、縦軸は微分細孔容積（単位は、 $\text{cm}^3/\text{g}\cdot(\text{オングストローム})$ ）を、横軸は細孔径（単位はオングストローム、対数表示）を表す。

【図4】比較例3で得られた研磨用成形体の微分細孔径分布曲線を示す図であり、縦軸は微分細孔容積（単位は、 $\text{cm}^3/\text{g}\cdot(\text{オングストローム})$ ）を、横軸は細孔径（単位はオングストローム、対数表示）を表す。

【図5】実施例3で得られた研磨用成形体の積分細孔径分布曲線を示す図であり、縦軸は積分総細孔容積（単位は、 $\text{cm}^3/\text{g}\cdot(\text{オングストローム})$ ）を、横軸は細孔径（単位はオングストローム、対数表示）を表す。

【図6】比較例3で得られた研磨用成形体の積分細孔径分布曲線を示す図であり、縦軸は積分総細孔容積（単位は、 $\text{cm}^3/\text{g}\cdot(\text{オングストローム})$ ）を、横軸は細孔径（単位はオングストローム、対数表示）を表す。

## 【符号の説明】

1：図1で示される微分細孔径分布曲線

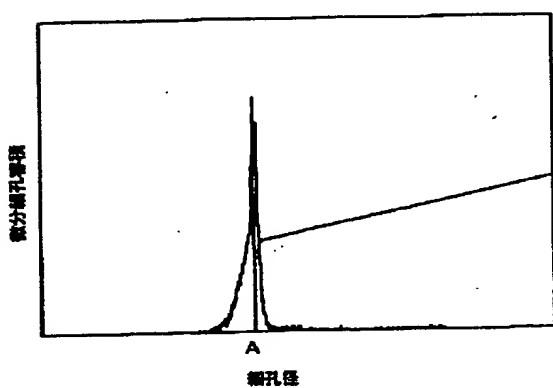
2：図2で示される積分細孔径分布曲線

A：図1で示される細孔モード径を示す点

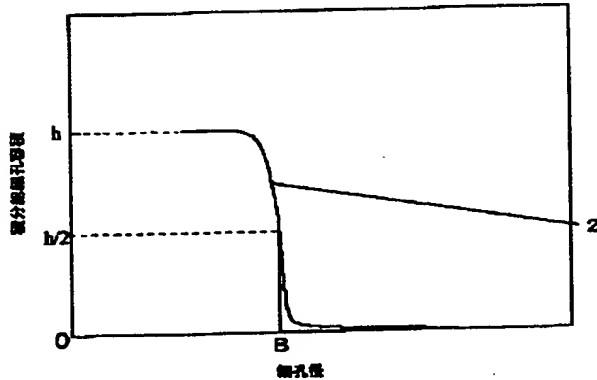
B：図2で示される細孔メジアン径を示す点

【発明の効果】本発明によれば、研磨加工プロセス中に従来法で見られた遊離砥粒を大量に含有する研磨廃液を生じることがなく、従来法と同程度の仕上がりでシリコンウエハー、酸化物基板などの基板材料等を研磨加工することができ、さらに耐久性があり、研磨速度も速いことから、効率的な研磨作業が可能となり、シリコンウエハー、酸化物基板等の基板材料の研磨加工プロセスに有用である。

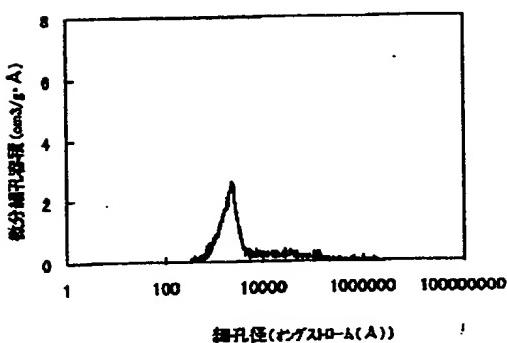
【図1】



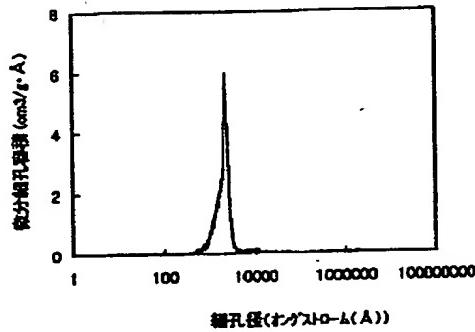
【図2】



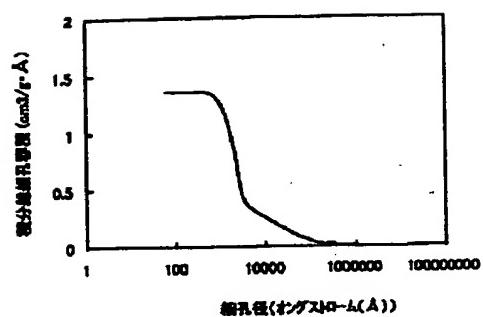
【図3】



【図4】



【図5】



【図6】

